การเตรียมโฟมพอลิยูรีเทนแบบแข็งโดยใช้สารประกอบเชิงซ้อนของโลหะผสมและเททระเอทิลีนเพนทามีนเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

นางสาวมานิตา เรืองศรี

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2554

PREPARATION OF RIGID POLYURETHANE FOAMS USING MIXED METAL COMPLEXES AND TETRAETHYLENEPENTAMINE AS CATALYSTS

Miss Manita Ruangsri

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science Program in Petrochemistry and Polymer Science
Faculty of Science
Chulalongkorn University
Academic Year 2011

Thesis Title	PREPARATION OF RIGID POLYURETHANE FOAMS USING MIXED METAL COMPLEXES AND TETRAETHYLENEPENTAMINE AS CATALYSTS
By	Miss Manita Ruangsri
Field of Study	Petrochemistry and Polymer Science
Thesis Advisor	Associate Professor Nuanphun Chantarasiri, Ph. D.

Accepted by the Faculty of Science, Chulalongkorn University in Partial Fulfillment of the Requirements for the Master's Degree

S. Hannongbua ..... Dean of the Faculty of Science

(Professor Supot Hannongbua, Dr.rer.nat.)

THESIS COMMITTEE

Warinthorn Chavasiri ..... Chairman

(Assistant Professor Warinthorn Chavasiri, Ph. D.)

Nuanphun Chantarasiri ..... Thesis Advisor

(Associate Professor Nuanphun Chantarasiri, Ph. D.)

..... Examiner

(Associate Professor Mongkol Sukwattanasinitt, Ph. D.)

Polkit Sangvanich ..... Examiner

(Associate Professor Polkit Sangvanich, Ph. D.)

Duangruthai Sridaeng ..... External Examiner

(Duangruthai Sridaeng, Ph. D.)

มานิตา เรืองศรี : การเตรียมโฟมพอลิยูรีเทนแบบแข็งโดยใช้สารประกอบเชิงซ้อนของโลหะผสมและเททระเอทิลีนเพนทามีนเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา. (PREPARATION OF RIGID POLYURETHANE FOAMS USING MIXED METAL COMPLEXES AND TETRAETHYLENEPENTAMINE AS CATALYSTS) อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก: รศ.ดร. นวลพรรณ จันทรศิริ. 122 หน้า.

งานวิจัยนี้ได้พัฒนาตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับเตรียมโฟมพอลิยูรีเทนแบบแข็ง โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสารประกอบเชิงซ้อนของโลหะ-แอมีน [M_1(tetraen)] ซึ่ง M_1 = Cu, Zn, Ni, Co และ Mn และสารประกอบเชิงซ้อนของโลหะผสม-แอมีน [M_2(tetraen):M_3(tetraen)] ซึ่ง M_2 = Cu และ M_3 = Zn, Ni, Co และ Mn พิสูจน์เอกลักษณ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี ยูวี-วิสสิเบิลสเปกโทรสโกปี แมสสเปกโทรเมทรี และวิเคราะห์หาธาตุองค์ประกอบ สำหรับการเตรียมโฟมพอลิยูรีเทนแบบแข็งได้ศึกษาเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา สมบัติทางกายภาพ และสมบัติเชิงกล โดยเปรียบเทียบผลการศึกษากับตัวเร่งปฏิกิริยาทางการค้า คือ ไดเมทิลไซโคลเฮกซิลแอมีน (DMCHA) ใช้เทคนิคเอทีอาร์-อินฟราเรดสเปกโทรสโกปีเพื่อพิสูจน์เอกลักษณ์ของพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งและศึกษาการเปลี่ยนแปลงของหมู่ไอโซไซยาเนต (NCO conversion) การเตรียมโฟมพอลิยูรีเทนแบบแข็งจากตัวเร่งปฏิกิริยาสารประกอบเชิงซ้อนของโลหะผสม-แอมีน Cu(tetraen):Zn(tetraen) ให้เวลาในการทำปฏิกิริยา ความสูงของโฟม และความหนาแน่นที่ดี ความหนาแน่นและความสามารถทนทานต่อแรงกดอัด (compressive strength) ของโฟมพอลิยูรีเทนแบบแข็งที่เตรียมจาก Cu(tetraen):Zn(tetraen) ที่ดัชนีไอโซไซยาเนต 150 เท่ากับ 49.8 kg/m^3 และ 341.9 kPa ตามลำดับ ซึ่งมีค่ามากกว่าความหนาแน่นและความสามารถทนทานต่อแรงกดอัดของโฟมที่เตรียมจากตัวเร่งปฏิกิริยาทางการค้าที่ดัชนีไอโซไซยาเนต 150 ซึ่งมีค่าเท่ากับ 45.8 kg/m^3 และ 309.7 kPa ตามลำดับ

สาขาวิชา ปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ ลายมือชื่อนิสิต มานิตา เรืองศรี

ปีการศึกษา 2554 ลายมือชื่อ อ. ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก นวลพรรณ จันทรศิริ

5272496023: MAJOR PETROCHEMISTRY AND POLYMER SCIENCE
KEYWORDS: MIXED METAL COMPLEXES / RIGID POLYURETHANE FOAM / CATALYST

MANITA RUANGSRI: PREPARATION OF RIGID POLYURETHANE FOAMS USING MIXED METAL COMPLEXES AND TETRAETHYLENE PENTAMINE AS CATALYSTS. ADVISOR: ASSOC. PROF. NUANPHUN CHANTARASIRI, Ph. D., 122 pp.

In this research, the catalysts for rigid polyurethane foams were developed by using metal-amine complexes [M_1(tetraen)] (where; M_1 = Cu, Zn, Ni, Co and Mn) and mixed metal-amine complexes [M_2(tetraen):M_3(tetraen)] (where; M_2 = Cu, M_3 = Zn, Ni, Co and Mn). The metal-amine and mixed metal-amine complexes were characterized by infrared spectroscopy, UV-visible spectroscopy, mass spectrometry and elemental analysis. Reaction times, physical and chemical properties of the prepared foams were investigated and compared with those prepared using commercial catalyst, dimethylcyclohexylamine (DMCHA). ATR-FTIR spectroscopy was used to characterize rigid polyurethane foams and determine isocyanate conversion. Rigid polyurethane foams catalyzed by mixed metal-amine complex of Cu(tetraen):Zn(tetraen) had good reaction times, volume and density. Density and compressive strength of the foams at NCO index of 150 catalyzed by Cu(tetraen):Zn(tetraen) were 49.8 kg/m^3 and 341.9 kPa, respectively. They showed higher density and compressive strength than the foams catalyzed by DMCHA which were 45.8 kg/m^3 and 309.7 kPa, respectively.

Field of Study: Petrochemistry and Polymer Science Student's Signature Manita Ruangsri

Academic Year: 2011 Advisor's Signature Nuanphun Chantarasiri

ACKNOWLEDGEMENTS

The author wishes to express deepest appreciation to my thesis advisor, Assoc. Prof. Dr. Nuanphun Chantarasiri for helpful suggestion, constant encouragement and guidance throughout the course of this research.

Many thanks to the thesis committees, Assist Prof. Dr. Warinthorn Chavasiri, Assoc. Prof. Dr. Mongkol Sukwattanasinitt, Assoc. Prof. Dr. Polkit Sangvanich, Department of chemistry, Faculty of science, Chulalongkorn University and Dr. Duangruthai Sridaeng, Department of chemistry, Faculty of science, Rangsit University, for their invaluable discussion and suggestion.

Definitely, this thesis cannot be completed without kindness and support from many organizations. I wish to thank Huntsman (Thailand) Co., Ltd. for providing the chemicals used in the preparation of rigid polyurethane foams. I sincerely thank the Program of Petrochemistry and Polymer Science, Faculty of science, Chulalongkorn University for many facilities in my research. I would like to thank Department of chemistry, Chulalongkorn University and Scientific and Technological Research Equipment Center, Chulalongkorn University. In addition, I would like to thank the National Center of Excellence for Petroleum, Petrochemicals and Advanced Materials, NCE-PPAM, for their support.

Furthermore, I also thank members of Supramolecular Chemistry Research Laboratory. Special thanks go to Mr. Wittaya Pengjam and Miss Paweena Ekkaphan for their encouragement and generous helps. I would like to express my highest gratitude to my family and my friends for their love and encouragement.

CONTENTS

Page

Page

Page

LIST OF TABLES

Page

Page

Page

LIST OF FIGURES

Page

Page

Page

LIST OF SCHEMES

LIST OF ABBREVIATIONS

%	percentage
ε	Molar absorptivity
cm	centimeter
cm^{-1}	unit of wavenumber
^{o}C	degree Celsius (centrigrade)
Cu(tetraen)	copper-tetraethylenepentamine complex
Cu(tetraen):Zn(tetraen)	copper-tetraethylenepentamine and zinc – tetraethylenepentamine complex
ATR-FTIR	Attenuated Total Reflectance Fourier Transform Infrared Spectrophotometer
DBTDL	dibutyltin dilaurate
DMCHA	N,N-dimehylcyclohexylamine
EA	Elemental Analysis
en	ethylenediamine
FTIR	Fourier Transform Infrared Spectrophotometer
g	gram
h	hour
HDI	Hexamethylene Diisocyanate
IDT	Initial Decomposition Temperature
ATR-IR	Attenuated- Infrared Total Reflectance
kg	kilogram
kV	kilovolt
$M(OAc)_2$	metal acetate
m^3	cubic meter
MDI	4,4`-methane diphenyl diisocyanate
mg	milligram
min	minute
mL	milliliter
mmol	millimole
NCO	isocyanate

OHV	hydroxyl value
pbw	part by weight
PIR	polyisocyanurate
PMDI	polymeric 4,4'-methane diphenyl diisocyanate
PUR	polyurethane
rpm	round per minute
RPUR	rigid polyurethane
RT	room temperature
s	second
SEM	Scanning Electron Microscope
S.D.	standard deviation
t	time
TDI	Toluene Diisocyanate
TGA	thermogravimetric analysis
T_{max}	maximum core temperature
tetraen	tetraethylenepentamine
trien	triethylenetetramine
UV	ultraviolet spectroscopy
Zn(tetraen)	zinc-tetraethylenepentamine complex